



Centre
de coopération
internationale
en recherche
agronomique
pour le
développement

Département
de gestion,
recherche,
documentation
et appui technique
CIRAD-GERDAT

Unité
de recherches
et d'analyses

RAPPORT DE MISSION EFFECTUEE
AU CIRAD FLHOR MARTINIQUE
DU 10 AU 18 OCTOBRE 1994

Marc SZWARC
CIRAD-GERDAT / URA

2477,
avenue du Val
de Montferrand
BP 5035
34032 Montpellier
Cedex 1
France
téléphone :
67 61 59 87
télécopie :
67 61 59 86
télex :
480762 F

EPIC-SIRET
331 596 270 000 40
RCS Paris B
331 596 270

RAPPORT DE MISSION EFFECTUEE AU LABORATOIRE DU CIRAD FLHOR DE MOUTTE (MARTINIQUE) DU 10 AU 18 OCTOBRE 1994

OBJET DE LA MISSION.

Cette mission demandée par le CIRAD-FLHOR a eu pour objet l'harmonisation des méthodes d'analyses de sols et de végétaux entre les différents laboratoires du CIRAD ainsi que la validation de la qualité des analyses par un contrôle interne et externe afin d'assurer la fiabilité et la répétabilité des analyses.

DEROULEMENT DE LA MISSION

Le laboratoire s'est doté depuis moins d'un an d'un spectrophotomètre d'absorption atomique performant mais la formation pour l'utilisation de cet appareil lors de son installation n'a pas été très complète ni adaptée au type d'échantillons dosés. Le premier travail a consisté à une formation pratique dans l'utilisation du spectro d'absorption atomique afin d'obtenir des résultats cohérents et répétitifs.

La deuxième partie de ce séjour a été consacrée à la mise en place de nouvelles méthodes d'analyses en particulier le complexe d'échange par la méthode au chlorure de cobaltihexamine et le phosphore assimilable par la méthode OLSEN modifiée DABIN, car les méthodes qui étaient utilisées jusqu'à ce jour (complexe d'échange à l'acétate d'ammonium à pH 7.00 et le Phosphore Truog) ne sont pas très adaptées aux sols rencontrés en Martinique.

Enfin l'aspect qualité des analyses a été abordé par l'instauration d'un contrôle permanent interne et externe à l'aide d'échantillons références et de témoins de contrôle, ainsi que par la recommandation d'adhérer à une chaîne d'analyses interlaboratoire type Wageningen (ISE pour les sols et IPE pour les plantes).

I LES MOYENS

1) Les locaux

Le service analyse est constitué au 1er étage du bâtiment d'une grande salle d'environ 60-70m² non climatisée actuellement qui est utilisée pour les extractions ou minéralisation, d'une petite salle climatisée où sont installés les appareils de mesure (spectrophotomètre d'absorption atomique pHmètre, photomètre) et d'une 3ème salle servant de laverie et de stockage de la verrerie. Les paillasse, bien que suffisantes sont relativement encombrées et ne permettent pas de travailler dans les meilleures conditions, mais une réhabilitation des laboratoires est prévue à court terme avec climatisation de l'ensemble (indispensable) et réaménagement de ces paillasse, ce qui permettra de libérer de la place notamment dans la petite salle de mesure.

Les hottes d'extraction qui sont utilisées pour la minéralisation de l'azote et la reprise des cendres de végétaux sont grandes, mais il serait utile de séparer la partie azote de la partie cendres pour éviter les contaminations particulièrement pour les oligo-éléments car les rampes

Kjeldahl sont partiellement attaquées. Dans l'avenir, si le laboratoire peut s'équiper de blocs de minéralisation du genre BUCHI pour l'azote, munis de capteurs de fumées, une seule hotte suffirait pour les autres minéralisations.

La préparation des échantillons de sols et de plantes s'effectue au rez de chaussée, compte tenu de l'humidité ambiante il est nécessaire de terminer le séchage à l'aide de lampes infra-rouge ou d'une grande étuve. Le séchoir utilisé actuellement ne doit pas comporter de points de rouille et il est nécessaire de s'assurer que les peintures ne contaminent pas les échantillons. Les produits chimiques sont stockés dans un magasin au rez de chaussée ce qui permet de ne pas entreposer trop de produits dans les laboratoires.

2) Le Matériel

L'équipement du laboratoire comprend :

- 1 spectrophotomètre d'absorption atomique UNICAM 939 performant, muni de son logiciel de calcul et d'une pompe péristaltique qui effectue les dilutions automatiquement avec le lanthane ou le césium.

Un passeur d'échantillons a été acheté mais ne convient pas pour ce type d'appareil toutefois il pourra être utilisé pour automatiser les dosages de potassium sur le photomètre de flamme dès que l'enregistreur aura pu être installé.

Cet appareil présente un petit dysfonctionnement lorsqu'il est utilisé en émission de flamme (zéro négatif), ce qui n'altère pas la validité des résultats mais occasionne une gêne lors des dosages de faibles teneurs. Nous avons contacté la société UNICAM qui à mon départ n'avait pas pu encore donner d'explications.

Le micro ordinateur du spectro d'absorption atomique est également utilisé pour d'autres tâches (traitement de texte, tableurs), ce qui diminue d'autant ses performances, il serait souhaitable d'équiper le laboratoire d'un deuxième micro-ordinateur pour la gestion du laboratoire.

- un spectrophotomètre d'émission CORNING qui peut être utilisé pour le dosage du sodium et du potassium.

- 2 colorimètre manuels dont un récent provenant de la physiologie qui servent aux dosages du phosphore et qui pourront servir ultérieurement aux dosages d'azote (N total, NH_4 , NO_3).

- 1 pHmètre .

- 1 four à moufle dont le revêtement intérieur en réfractaire n'est plus en très bon état.

Le réfractaire s'effrite et de la poussière tombe dans les capsules ce qui peut occasionner des contaminations plus ou moins importantes notamment en Al.

- 1 centrifugeuse PROLABO

- 2 agitateurs mécaniques dont un en panne.

- 2 étuves en panne qu'il faudrait remettre en état rapidement car elles peuvent être très utiles pour la granulométrie par exemple ou pour le séchage des échantillons.

- 1 plaque chauffante.

- 1 balance de précision très ancienne et peu pratique à l'utilisation.

- 2 trébuchets dont un en mauvais état. Ces balances devraient être nettoyées et vérifiées annuellement par un spécialiste, il serait utile compte tenu de leur ancienneté et de leur état de prévoir le remplacement d'une balance de précision à 0.1mg et d'un trébuchet.

3) La verrerie et les produits chimiques

Ils sont en nombre suffisant notamment en ce qui concerne le petit matériel et la verrerie (excepté des bechers plastiques de 100 et 200ml nécessaires pour les pH et le P OLSEN). Pour les produits chimiques, il est important de bien gérer les stocks compte tenu des délais de livraison et des frais de port.

II LES ANALYSES

Jusqu'à ce jour le laboratoire réalisait les analyses suivantes :

-Pour les sols :

- pH
- Matière organique (carbone et azote total)
- Azote minéral (nitrique et ammoniacal)
- Complexe d'échange à l'acétate d'ammonium à pH 7.00
- Phosphore assimilable par la méthode Truong
- Granulométrie

-Pour les plantes :

- Azote, Phosphore, Calcium, Magnésium, Potassium et Sodium
- Oligo-éléments.

1) Analyses de sols

*** Préparation des échantillons.**

Après séchage à l'air ou à l'étuve à 40°C les sols doivent être broyés en totalité puis tamisés à 2mm sur tamis normalisé NFX-11-501. Ce broyage ne doit pas être destructif, les graviers (fraction >2mm) n'entrant pas dans la composition de la terre fine. La quantité de refus doit être déterminée en particulier lorsqu'elle dépasse 10% de l'échantillon et notifiée sur le bulletin d'analyse. Une partie représentative de cet échantillon est ensuite prélevée pour être rebroyée à environ 100 microns soit manuellement à l'aide d'un mortier soit mécaniquement. Entre chaque échantillon, le matériel doit être nettoyé minutieusement afin d'éviter les contaminations possibles entre les différents sols.

Les analyses effectuées sur terre fine (2mm) sont la granulométrie, le pH, le complexe d'échange, l'azote minéral, celles réalisées sur sol rebroyé sont la matière organique et le phosphore.

*** pH**

Il n'y a pas de problème majeur pour cette analyse, mais il est recommandé d'utiliser des bechers plastiques pour éviter les échanges entre le verre et la solution. Le temps de contact entre sol et solution doit être identique entre chaque série (30mn) afin d'obtenir des résultats reproductibles.

L'état de l'électrode doit être régulièrement contrôlé. Compte tenu des milieux analysés (sols) la membrane s'encrasse rapidement, la stabilité de la mesure est moins rapide, et lors de l'étalonnage du pHmètre la pente entre les deux mesures de tampons n'est plus bonne. Dans ce cas il est nécessaire soit de nettoyer l'électrode (le mode de nettoyage est indiqué dans la notice) soit de la remplacer. La durée de vie d'une électrode est en général de 6 mois à 1 an en fonction de son utilisation plus ou moins intensive.

Les écarts de mesure pour les échantillons référence ne doivent pas excéder 0.2 unités pH.

* Carbone organique

Compte tenu du peu de temps imparti, nous n'avons pas effectué d'analyses de carbone organique.

Le carbone organique est obtenu par oxydation sulfochromique à chaud puis dosé par colorimétrie (norme AFNOR X 31-109).

Cette oxydation peut s'effectuer sur plaque chauffante dans des erlenmeyer de 250ml à col étroit couverts d'un verre de montre, dans ce cas, il est nécessaire de bien régler la température de chauffage de la plaque pour qu'elle ne dépasse pas 135°C pendant 30mn.

Avant de réaliser cette détermination il est utile de connaître la teneur en azote total pour déterminer la prise d'essai à effectuer.

Le dosage s'effectue par colorimétrie directe à 587nm. Des analyses ont été effectuées au laboratoire de la SICABAM par cette méthode et ont donné d'excellents résultats sur des échantillons du BIPEA.

* Azote total par la méthode Kjeldahl

Les paramètres influant la bonne minéralisation des sols sont en général la température de chauffe (trop basse : mauvaise minéralisation, trop élevée : pertes par volatilisation) et l'homogénéité des solutions avant dosage car du fait des densités différentes entre l'acide sulfurique et l'eau, il faut agiter énergiquement pour homogénéiser. La minéralisation doit durer de 6 à 8 heures pour être complète quelque soit les types de sols. Le dosage actuellement s'effectue par distillation, ce qui est une méthode de référence mais elle pourra être remplacée ultérieurement par un dosage colorimétrique. Avant d'utiliser cette méthode colorimétrique il sera nécessaire d'effectuer un certain nombre d'analyses en double afin de s'assurer que les résultats sont identiques.

* Phosphore assimilable

La méthode du phosphore assimilable Truog ne permet pas toujours d'obtenir de résultats car elle est peu sensible à cause du rapport d'extraction sol/solution élevé (1g/200ml). Des teneurs inférieures à 20ppm dans le sol ne peuvent pas être détectées. De plus cette méthode n'est pas toujours très adaptée aux sols tropicaux riches en aluminium, d'où la mise en place de la méthode OLSEN modifié DABIN qui est utilisé par la majorité des chercheurs du CIRAD.

Les réactions d'extraction étant incomplètes pour les éléments dit " assimilables" il est nécessaire de respecter scrupuleusement les conditions de température et de temps de la méthode (une différence de température de 15°C peut occasionner une différence de 20% sur le résultat). De plus dans un laboratoire non climatisé ou la température avoisine 30°C l'évaporation est importante dans la phase floculation des acides organiques aussi il sera nécessaire d'effectuer la dernière filtration sur des fioles jaugées et compléter au trait de jauge. Le dosage s'effectue par colorimétrie au bleu de molybdène. Les résultats obtenus sur une série d'échantillons et de référence ont été satisfaisant mais un peu élevé à cause de la température du laboratoire (voir annexe).

* Complexe d'échange

La méthode à l'acétate d'ammonium à pH 7.00 est encore largement utilisée pour les sols calcaires ou neutres, mais n'est pas très adaptée aux sols tropicaux acides car elle ne renseigne

pas sur le statut de l'aluminium et du manganèse échangeables, éléments importants qui peuvent occasionner des toxicités.

L'utilisation du chlorure de cobaltihexamine permet d'effectuer l'échange au pH du sol, et a l'avantage de donner les bases échangeables (Ca, Mg, K, Na, Al, Mn, H) et la cec par simple dosage du cobalt restant en solution.

Le point délicat de cette méthode vient du choix de la concentration de la solution d'extraction car pour que l'échange s'effectue dans les meilleures conditions, il est nécessaire d'avoir une solution 2 à 5 fois supérieure à la CEC présumée :

Concentration $\text{Co (NH}_3)_6 \text{Cl}_3$ meq/100g	2.5	5.0	10	20	50	100	250
CEC présumée meq/100g	< 1.0	1.0-2.0	2.0-4.0	4.0-8.0	8.0-20.0	20-40	>40

Dans des séries de sols très hétérogènes il est parfois nécessaire d'effectuer 2 extractions, la première avec une solution moyenne (20 méq/100g) servant à déterminer les concentrations de $\text{Co (NH}_3)_6 \text{Cl}_3$ nécessaires et ou il n'est utile de doser que le cobalt restant en solution.

Lorsque tous les dosages sont effectués et afin de valider l'analyse, il suffit de comparer la somme des bases échangeables (Ca, Mg, K, Na, Al, Mn, H) à la CEC obtenue par différence entre la concentration initiale (mesurée) et la concentration finale de cobalt.

La mesure du pH de la solution de $\text{Co (NH}_3)_6 \text{Cl}_3$ doit être effectuée immédiatement après l'extraction pour éviter une carbonatation, et si possible sur la solution non filtrée car les filtres peuvent modifier de façon significative les valeurs de pH. Pour les autres dosages il faut utiliser la solution filtrée après centrifugation pour éviter que les petits débris de matière organique ne bouchent le nébuliseur de l'absorption atomique (filtres lents). Il ne faut pas oublier également de doser tous les éléments dans la solution d'extraction qui sert de blanc afin de confirmer la pureté des réactifs.

* Granulométrie

Les granulométries qui sont parfois demandées au laboratoire sont effectuées manuellement par la méthode de la pipette de Robinson.

C'est une analyse très longue à réaliser et qui demande une place paillasse importante, paillasse qui ne peut être utilisée pour autre chose pendant les prélèvements d'argiles et de limons car les vibrations influent sur la vitesse de chute des particules.

Compte tenu du nombre restreint de demandes et du peu de personnel affecté au laboratoire, il serait souhaitable de réfléchir à l'opportunité de continuer ces analyses. Elles pourraient être réalisées au CIRAD qui est bien équipé pour ce type d'analyses, ce qui permettrait d'affecter le technicien à d'autres tâches.

2) Analyses de végétaux

Des analyses réalisées simultanément aux laboratoires de Moutte et de Montpellier sur des échantillons végétaux ont montré une discordance sur Ca, K, et Mg, et surtout Fe et Zn, les

résultats d'azote étant concordants ainsi que le phosphore sauf pour les fortes valeurs où l'on a constaté un écrasement.

Trois raisons peuvent expliquer ces différences :

- Une minéralisation incomplète : la méthode qui était utilisée préconisait une calcination à 400°C pendant 30mn alors que la méthode CII recommande 3 heures à 550°C.
- Des contaminations dues d'une part à l'utilisation d'un policeman en caoutchouc (Zn) et d'autre part, du fait de la mauvaise calcination, il était difficile de bien nettoyer les capsules en silice.

Des mauvaises conditions de dosage des différents éléments par absorption atomique. Compte tenu des concentrations élevées en éléments, il est souvent nécessaire de travailler avec un bec incliné afin de se trouver dans la partie linéaire de la courbe d'étalonnage et obtenir des résultats précis.

Le mode de calcul de l'appareil permet un étalonnage linéaire ou segmenté, pour le potassium par exemple il n'est pas possible de travailler en linéaire sous peine d'erreurs relativement importante. Le temps d'intégration était également trop petit et ne permettait pas une répétabilité des mesures.

Après avoir étudié tous les paramètres influant la précision et la répétabilité des dosages, des fiches de passage ont pu être établies afin d'obtenir les meilleures conditions de dosage (voir en annexe).

Quelques échantillons de feuilles ont été analysés et ont donné des résultats très différents des premières analyses (voir tableau en annexe).

Pour le phosphore, la raison pour laquelle les valeurs les plus élevées étaient faibles provenait probablement du dosage colorimétrique soit parce que ces résultats étaient extrapolés, soit qu'ils se trouvaient dans une partie très incurvée de la droite d'étalonnage.

III CONTROLE DE LA QUALITE DES ANALYSES

1) Contrôle interne

Il s'effectue au moyen d'échantillons référence qui sont analysés de la même façon que les autres échantillons. Dans chaque série d'analyse une ou plusieurs références sont insérées (en général une référence tous les 10 ou 20 échantillons suivant la taille des séries). De cette manière, il est aisé de contrôler en permanence la justesse des résultats obtenus et leur répétabilité.

Le choix de ces références est fonction des échantillons c'est à dire qu'il est nécessaire que leurs teneurs se rapprochent de celles des échantillons, pour cela il est nécessaire d'avoir plusieurs références différentes (au minimum 2 pour les sols, 1 à teneur élevée et 1 à teneur faible, 2 ou 3 pour les végétaux, bananiers, ananas...etc)

La préparation de ces références doit être minutieuse. Après séchage, tamisage et homogénéisation le sol est divisé en un certain nombre de sous échantillons de telle façon qu'il puisse être utilisé pendant plusieurs années, puis ces sous échantillons sont analysés individuellement afin de confirmer l'homogénéité de la référence (moyenne écart type et coefficient de variation). De la même façon on effectue sur un seul prélèvement 12 répétitions des analyses afin de déterminer la variation due à l'échantillon par rapport à la variation due à l'analyse.

Le suivi de ces références s'effectue par établissement d'une carte de contrôle qui donne à intervalle régulier (tous les 6 mois par exemple) les moyennes, les écarts types et les CV, et permet de détecter les dérives possibles dans les analyses.

Ces références seront également analysées au laboratoire de l'URA et pourront aussi confirmer

la concordance des résultats entre les deux laboratoires. Pour les végétaux il faut opérer de la même façon, et il est possible de confirmer encore mieux la justesse des résultats compte tenu des analyses réalisées (éléments totaux), en utilisant lors de la caractérisation des références un échantillon végétal certifié que l'on peut commander au BCR à Bruxelles.

L'analyse des échantillons référence permet d'affirmer un bon déroulement de l'analyse mais lorsque les résultats sont discordants on ne peut déterminer avec certitude si le problème vient de l'extraction ou du dosage, sauf si un contrôle est effectué pour s'assurer du bon fonctionnement des appareils de dosage.

Ce contrôle est réalisé par insertion d'un témoin de contrôle dont les teneurs sont connues (un point d'étalonnage par exemple) dans les séries de dosage. Ce témoin de contrôle est en général placé tous les dix échantillons et de sa valeur dépend la recalibration ou non de l'appareil. Si la dérive est peu importante, il suffit d'effectuer une correction de pente avec passage du zéro et du standard haut, sinon il faut effectuer une recalibration complète.

Le logiciel Qualité (QC) du spectrophotomètre d'absorption atomique peut en fin de série effectuer des calculs de CV afin de démontrer la stabilité des mesures.

La mise en solution des éléments pose moins de problèmes à partir du moment où les protocoles sont scrupuleusement respectés.

Toute modification des protocoles sous un prétexte quelconque est à prescrire car elle peut aussi modifier le résultat d'analyse.

2) Contrôle externe

Il consiste essentiellement à adhérer à une chaîne d'analyse interlaboratoire du type Wageningen. Cet organisme envoie des échantillons chaque trimestre (4) à près de 300 laboratoires du monde entier et exploite les résultats pour en donner les médianes et les variances.

L'adhésion à une chaîne de ce type permet au laboratoire de prouver son bon fonctionnement notamment vis à vis de clients extérieurs. Il existe aussi un réseau sols (ISE) et un réseau plantes (IPE), chaque adhésion coûtant environ 2000Frs par an.

Il existe aussi un réseau français le BIPEA mais il propose des types de sols très différents de ceux de Martinique (calcaires) et leurs méthodes d'analyses sont également différentes ce qui fait qu'on ne peut le recommander.

Une autre possibilité de contrôle externe serait obtenu par échange d'échantillons entre les différents laboratoires des Antilles (CTCS, SICABAM, FLHOR) et le CIRAD notamment pour les sols, avec l'harmonisation des méthodes, il servirait à vérifier la concordance des résultats.

CONCLUSION

La mission effectuée dans le laboratoire d'analyse de Moutte a permis de mettre à jour un certain nombre de problèmes, particulièrement dans les dosages par absorption atomique et dans les analyses de plantes et d'y remédier dans la mesure du possible.

Ce laboratoire qui est équipé d'un matériel performant est maintenant apte à réaliser des analyses de sols et de végétaux de bonne qualité à condition de respecter les consignes énumérées dans ce rapport concernant le respect des protocoles d'analyse et l'adoption des processus "Qualité". Le nombre d'analyses pouvant être réalisé annuellement dépendra du nombre de personnes affectées à la réalisation de ces analyses, dans le contexte actuel avec 3 personnes à temps plein cela devrait correspondre à environ un millier d'échantillons par an de sols et de végétaux.

Le problème le plus important actuellement est le renouvellement du parc de balances qui est très ancien, et la mise en place d'un contrat maintenance pour ces balances. Il est souhaitable que la coopération entre le laboratoire de Moutte et celui de l'URA se poursuivra d'une part dans le cadre du contrôle externe en particulier par l'envoi de quelques échantillons à intervalles réguliers (par exemple tous les 6 mois) afin de confirmer la concordance des résultats, et d'autre part pour apporter toute l'aide et les conseils nécessaires à la bonne marche du laboratoire.

Montpellier le 05/12/1994

ANNEXES

Liste du matériel à commander

En première urgence

- 50 bechers plastiques de 100ml à forme basse ref OSI A72.536.40
prix unitaire : 9.10 Frs
pour la mesure du pH
- 50 bechers plastiques de 250ml à forme basse ref OSI A72.536.47
prix unitaire : 11.80 Frs
pour le phosphore Olsen
- Flacons de prélèvement à usage unique pour stocker les solutions des échantillons ref OSI A12.160.09 prix : 401.00 Frs les 1000
- Un conductimètre pour contrôle de l'eau distillée ref Bioblock
- Tubes de pompe pour AA (dilutions) Bioblock
- blanc-blanc ref A 88 244 prix 119.00 Frs les 12
- gris-gris ref A 88 246 prix " " "
- vert-vert ref A 88 250 prix " " "
- violet-blanc ref A 88 254 prix " " "
- godets d'échantillons pour passeur ISMATEC
- 1 balance de précision à 0.1mg
- 1 ou 2 moulins à café pour broyage des plantes avec lames de rechange.

En deuxième urgence

- 1 trébuchet 1000-3000g
- 1 micro ordinateur pour la gestion du labo
- 1 four à moufle
- 1 minéralisateur Kjeldahl 12 postes pour l'azote
- 1 plaque chauffante
- lampes à cathode creuse de rechange pour AA

En troisième urgence

Dans le cas où le laboratoire aurait à faire face à une demande accrue d'analyses

- 1 passeur d'échantillons GILSON pour le spectro d'absorption atomique
- 1 chaîne colorimétrique automatique.

CONDITIONS OPERATOIRES POUR LES DOSAGES EN ABSORPTION ATOMIQUE ET EN COLORIMETRIE

1) Généralités

La justesse et la précision d'une analyse dépendent souvent d'un certain nombre de paramètres qu'il faut impérativement respecter :

- linéarité de la courbe d'étalonnage
- stabilité de la mesure
- précision des points d'étalonnage
- pureté des produits utilisés....etc

Ces paramètres doivent donc être contrôlés avant chaque série de dosage de la manière suivante :

- linéarité de l'étalonnage : pour le confirmer il suffit de passer l'étalon le plus élevé et l'étalon qui a une concentration 2 fois moindre, les absorbances doivent avoir un rapport de 2. Si ce n'est pas le cas, il y a 2 possibilités d'action : incliner le brûleur et (ou) augmenter la dilution.

- stabilité de la mesure : pour y parvenir il suffit d'augmenter le temps d'intégration du signal. Un temps d'intégration de cinq secondes devrait suffire à partir du moment où l'échantillon est stabilisé dans la flamme.

- précision de l'étalonnage : il ne faut pas hésiter à refaire un standard mauvais car il aura une influence sur la pente de la droite d'étalonnage et de ce fait induira sur le résultat des échantillons.

- pureté des produits chimiques qui est contrôlable par l'analyse des blancs.

Le calcul des résultats effectués par le logiciel est effectué par rapport aux standards précédant les échantillons, il ne tient pas compte des dérives possibles en cours d'analyse. Pour remédier à cet inconvénient, il suffit d'insérer régulièrement des témoins de contrôle (solution connue de l'élément à doser) et effectuer soit des corrections de pente soit des recalibrations dès qu'une variation sensible de ce témoin est perçue. Une séquence d'analyse devra donc être effectuée de la manière suivante.

Blanc standard (0)

Etalonnage (coefficient de corrélation > 0.995)

10 échantillons

référence

Témoin de contrôle

correction de pente ou recalibration *

etc...

***Si nécessaire**

Le CV sur les témoins de contrôle devra être effectué après chaque série afin de confirmer la stabilité de l'appareil et notifié sur le compte rendu d'analyse.

Afin de répondre à toute contestation concernant les résultats d'analyse, il est primordial de

conserver les enregistrements afin de pouvoir les retrouver facilement, ce qui n'empêchera pas le cas échéant de refaire une analyse de contrôle pour la confirmer ou l'infirmer car malgré toutes ces précautions un résultat peut être erroné (contamination d'un godet, inversion d'échantillon etc.....)

2) Dosages par absorption atomique

- Ca en absorption : Absorbance maximum : 0.5-0.6
- Etalonnage linéaire (5 points minimum)
- Dilution au 1/5 avec oxyde de lanthane 6g/l (2 tubes vert-vert 1 tube gris)
- Brûleur incliné 5 à 10° pour étalonnage faible (0-2méq/100g ou 0/20mg/l) et environ 30° pour étalonnage élevé (2-20méq/100g ou 20-200mg/l). Au dessus, diluer les échantillons manuellement.

- Flamme : en général air/acétylène. Dans certains cas, en présence de sols très acides notamment qui contiennent beaucoup d'Al par rapport à Ca, utiliser une flamme protoxyde d'azote/acétylène pour éliminer totalement les interférences de Al sur Ca, en utilisant toujours le lanthane.

- Fente : valeur recommandée par le constructeur
- Temps d'intégration : 5 secondes
- Stabilité dans la flamme : 5 secondes
- Délai : à mesurer à l'aide d'un chronomètre, c'est le temps qu'il faut à l'échantillon pour arriver à la flamme.
- Préchauffer l'appareil et les lampes au moins 30mn avant de commencer les dosages.

Mg

Elément très sensible, on ne peut doser au dessus de 10méq/100g ou 120mg/l. Mêmes conditions que le Ca, hormis l'inclinaison du brûleur qui peut aller jusqu'à 90° et la dilution plus importante qui peut atteindre 1/10 (2 violet-noir ou violet-blanc + 1 blanc).

K-Na

En émission : Etalonnage segmenté (AA Unicam)

- Pour les sols, diluer systématiquement avec du chlorure de césium à 2g/l, pour les végétaux avec de l'eau.
- Régler la longueur d'onde avec une solution de potassium 2 à 3 fois plus concentrée que l'étalon le plus élevé afin d'obtenir une absorbance maximum de 0.5.
- Diluer systématiquement tous les échantillons qui ont une concentration supérieure à l'étalon le plus élevé. Pour le reste, c'est identique au Ca.

NB. Dans la mesure du possible, il est recommandé d'effectuer les analyses de K sur le photomètre de flamme particulièrement sur les végétaux qui ont des teneurs très élevées, car cet appareil est moins sensible et donne de très bons résultats.

Al

En absorption. Etalonnage linéaire

- flamme protoxyde d'azote/acétylène
- Pas de dilution
- Pour le reste : identique au Ca

Mn-Fe-Co

En absorption étalonnage linéaire

- flamme air/acétylène
- pas de dilution sauf pour Co ou il faut diluer fortement avec de l'eau afin d'arriver à la linéarité
- pour le reste : identique au Ca

3) DOSAGES PAR COLORIMETRIE**Phosphore**

Pour les sols étalonnage de 0.2 à 6.0mg/l (10 à 300ppm de P Olsen) dans une fiole de 50ml prélever

- 5ml échantillon
- 3ml acide borique
- 2ml molybdate d'ammonium
- 3ml acide ascorbique
- QSP : 50ml

Chauffer au bain marie jusqu'à stabilité de la coloration.

- Longueur d'onde : 830nm

Pour les valeurs plus élevées (1-30mg/l)

Prélever 1 ml d'échantillon le reste ne change pas ainsi que pour les plantes.

- Effectuer des blancs de la même façon que les échantillons (les filtres peuvent contenir du phosphore ainsi que les réactifs).

Azote

Nous n'avons pu faire de dosages d'azote par manque de réactifs.

Les précautions à prendre concernent surtout l'acidité des échantillons. Il faudra confectionner 2 séries d'étalons, une à 3% d'acidité (végétaux) et une à 10%.

- Longueur d'onde : 660nm

- Bien homogénéiser avant développement de la coloration car l'acide sulfurique et l'eau se mélangent mal.

- Etalonnage : 0-40mg/l pour les sols et 10 à 120mg/l pour les végétaux.

- Effectuer des essais sur le volume de l'échantillon à prélever afin d'obtenir une absorbance maximum de 0.5- 0.6.

rapport des différents réactifs :

- tampon 5
- salycilate 2
- dichloroisocyanurate : 0.5.

RESULTATS

1) Complexe d'échange. méthode Co (NH₃)₆ Cl₃

Une série analyse a été effectuée sur des échantillons référence en 5 répétitions afin de *calculer les CV.*

- Référence 2 de l'URA
- Référence 3 du FLHOR
- Référence 5 du FLHOR à 2 concentrations afin de montrer l'importance du choix de la concentration de l'échangeur sur les résultats d'aluminium.

Les résultats obtenus sont tout a fait comparables à ceux du laboratoire de l'URA.
(voir tableau ci dessous).

Exemple de dosage par absorption atomique

Complexe d'échange Co(NH₃)₆Cl₃

	N°	Ca méq%	Mg méq%	K méq%	Na méq%	Al méq%	Mn méq%	H+	S.B.E.	C.E.C.	Saturat° Co	pH
2	ref 2	0.98	0.16	0.27	0.02	0.59	0.14	0.17	2.33	2.32	1.00	7.68 4.08
2	ref 2	0.97	0.17	0.27	0.02	0.61	0.15	0.17	2.36	2.30	1.03	7.70 4.06
2	ref 2	1.00	0.17	0.30	0.02	0.63	0.15	0.16	2.43	2.36	1.03	7.64 4.09
2	ref 2	0.96	0.19	0.29	0.02	0.61	0.15	0.17	2.38	2.13	1.12	7.87 4.07
2	ref 2	0.97	0.20	0.27	0.02	0.71	0.15	0.17	2.48	2.12	1.17	7.88 4.08
enne	moyenne	0.98	0.18	0.28	0.02	0.63	0.15	0.17	2.40	2.25	1.07	7.75 4.08
rt type	écart type	0.02	0.01	0.01	0.00	0.04	0.00	0.00	0.05	0.10	0.06	0.10 0.01
%	CV %	1.53	7.98	3.82	10.61	6.61	0.70	2.36	2.22	4.54	5.98	1.31 0.25
l'usage	Grad	0.96-1.15	0.20-0.25	0.26-0.31	0.03-0.12	0.46-0.65	0.11-0.14	0.10-0.16	2.35-2.51			4.09-4.28
3	ref 3	4.56	2.47	0.46	0.11	0.00	0.04	0.01	7.65	6.87	1.11	43.13 5.29
3	ref 3	4.38	2.58	0.49	0.12	0.00	0.04	0.01	7.61	6.96	1.09	43.04 5.25
3	ref 3	4.47	2.60	0.48	0.10	0.00	0.04	0.01	7.70	6.88	1.12	43.12 5.26
3	ref 3	4.20	2.47	0.46	0.11	0.00	0.04	0.01	7.30	6.83	1.07	43.17 5.31
3	ref 3	4.48	2.67	0.50	0.11	0.00	0.04	0.01	7.80	6.51	1.20	43.49 5.45
enne	moyenne	4.42	2.56	0.48	0.11	0.00	0.04	0.01	7.61	6.81	1.12	43.19 5.31
rt type	écart type	0.12	0.08	0.02	0.00	0.00	0.00	0.00	0.17	0.16	0.04	0.16 0.07
%	CV %	2.77	2.97	3.14	4.30	ERR	2.79	15.02	2.22	2.29	3.89	0.36 1.36
5(50)	ref 5(50)	23.00	14.77	1.13	0.26	2.25	1.32	0.28	43.01	42.42	1.01	7.58 3.86
5(50)	ref 5(50)	20.62	15.41	1.12	0.26	2.55	1.30	0.29	41.56	43.06	0.97	6.94 3.84
5(50)	ref 5(50)	19.78	15.36	1.11	0.26	2.56	1.29	0.29	40.66	42.73	0.95	7.27 3.84
5(50)	ref 5(50)	23.03	14.91	1.13	0.26	2.78	1.30	0.29	43.69	42.62	1.03	7.38 3.84
5(50)	ref 5(50)	22.63	15.04	1.13	0.26	2.85	1.30	0.30	43.50	42.33	1.03	7.68 3.83
enne	moyenne	21.81	15.10	1.12	0.26	2.60	1.30	0.29	42.48	42.63	1.00	7.37 3.84
rt type	écart type	1.35	0.25	0.01	0.00	0.21	0.01	0.01	1.18	0.26	0.03	0.26 0.01
%	CV %	6.19	1.66	0.54	0.44	8.05	0.88	2.23	2.78	0.60	3.21	3.47 0.26
5(100)	ref 5(100)	23.84	14.68	1.23	0.27	2.98	1.40	0.26	44.67	44.79	1.00	55.21 3.88
5(100)	ref 5(100)	23.17	15.05	1.29	0.27	3.16	1.40	0.29	44.63	43.70	1.02	56.30 3.84
5(100)	ref 5(100)	22.96	15.43	1.28	0.28	2.98	1.40	0.26	44.58	43.77	1.02	56.23 3.89
5(100)	ref 5(100)	24.1	16.1	1.26	0.27	3.00	1.38	0.26	46.36	42.37	1.09	57.63 3.88
5(100)	ref 5(100)	23.24	15.52	1.23	0.28	3.38	1.44	0.27	45.36	43.82	1.04	56.18 3.87
enne	moyenne	23.46	15.36	1.26	0.27	3.10	1.40	0.27	45.12	43.69	1.03	56.31 3.87
rt type	écart type	0.43	0.48	0.02	0.00	0.16	0.02	0.01	0.68	0.77	0.03	0.77 0.02
%	CV %	1.84	3.10	1.79	1.69	5.08	1.52	4.04	1.52	1.77	3.17	1.37 0.44

RESULTATS

1) Complexe d'échange. méthode Co (NH₃)₆ Cl₃

Une série analyse a été effectuée sur des échantillons référence en 5 répétitions afin de calculer les CV.

- Référence 2 de l'URA

- Référence 3 du FLHOR

- Référence 5 du FLHOR à 2 concentrations afin de montrer l'importance du choix de la concentration de l'échangeur sur les résultats d'aluminium.

Les résultats obtenus sont tout a fait comparables à ceux du laboratoire de l'URA.
(voir tableau ci dessous).

Exemple de dosage par absorption atomique

Complexe d'échange Co(NH₃)₆Cl₃

	N°	Ca méq%	Mg méq%	K méq%	Na méq%	Al méq%	Mn méq%	H+	S.B.E.	C.E.C.	Saturat°	Co	pH
2	ref 2	0.98	0.16	0.27	0.02	0.59	0.14	0.17	2.33	2.32	1.00	7.68	4.08
2	ref 2	0.97	0.17	0.27	0.02	0.61	0.15	0.17	2.36	2.30	1.03	7.70	4.06
2	ref 2	1.00	0.17	0.30	0.02	0.63	0.15	0.16	2.43	2.36	1.03	7.64	4.09
2	ref 2	0.96	0.19	0.29	0.02	0.61	0.15	0.17	2.38	2.13	1.12	7.87	4.07
2	ref 2	0.97	0.20	0.27	0.02	0.71	0.15	0.17	2.48	2.12	1.17	7.88	4.08
2	moyenne	0.98	0.18	0.28	0.02	0.63	0.15	0.17	2.40	2.25	1.07	7.75	4.08
2	écart type	0.02	0.01	0.01	0.00	0.04	0.00	0.00	0.05	0.10	0.06	0.10	0.01
2	CV %	1.53	7.98	3.82	10.61	6.61	0.70	2.36	2.22	4.54	5.98	1.31	0.25
2	analyse	0.96 - 1.15	0.20 - 0.25	0.26 - 0.31	0.03 - 0.12	0.46 - 0.65	0.11 - 0.14	0.10 - 0.16		2.35 - 3.01		4.09 - 4.28	
3	ref 3	4.56	2.47	0.46	0.11	0.00	0.04	0.01	7.65	6.87	1.11	43.13	5.29
3	ref 3	4.38	2.58	0.49	0.12	0.00	0.04	0.01	7.61	6.96	1.09	43.04	5.25
3	ref 3	4.47	2.60	0.48	0.10	0.00	0.04	0.01	7.70	6.88	1.12	43.12	5.26
3	ref 3	4.20	2.47	0.46	0.11	0.00	0.04	0.01	7.30	6.83	1.07	43.17	5.31
3	ref 3	4.48	2.67	0.50	0.11	0.00	0.04	0.01	7.80	6.51	1.20	43.49	5.45
3	moyenne	4.42	2.56	0.48	0.11	0.00	0.04	0.01	7.61	6.81	1.12	43.19	5.31
3	écart type	0.12	0.08	0.02	0.00	0.00	0.00	0.00	0.17	0.16	0.04	0.16	0.07
3	CV %	2.77	2.97	3.14	4.30	ERR	2.79	15.02	2.22	2.29	3.89	0.36	1.36
5(50)	ref 5(50)	23.00	14.77	1.13	0.26	2.25	1.32	0.28	43.01	42.42	1.01	7.58	3.86
5(50)	ref 5(50)	20.62	15.41	1.12	0.26	2.55	1.30	0.29	41.56	43.06	0.97	6.94	3.84
5(50)	ref 5(50)	19.78	15.36	1.11	0.26	2.56	1.29	0.29	40.66	42.73	0.95	7.27	3.84
5(50)	ref 5(50)	23.03	14.91	1.13	0.26	2.78	1.30	0.29	43.69	42.62	1.03	7.38	3.84
5(50)	ref 5(50)	22.63	15.04	1.13	0.26	2.85	1.30	0.30	43.50	42.33	1.03	7.68	3.83
5(50)	moyenne	21.81	15.10	1.12	0.26	2.60	1.30	0.29	42.48	42.63	1.00	7.37	3.84
5(50)	écart type	1.35	0.25	0.01	0.00	0.21	0.01	0.01	1.18	0.26	0.03	0.26	0.01
5(50)	CV %	6.19	1.66	0.54	0.44	8.05	0.88	2.23	2.78	0.60	3.21	3.47	0.26
5(100)	ref 5(100)	23.84	14.68	1.23	0.27	2.98	1.40	0.26	44.67	44.79	1.00	55.21	3.88
5(100)	ref 5(100)	23.17	15.05	1.29	0.27	3.16	1.40	0.29	44.63	43.70	1.02	56.30	3.84
5(100)	ref 5(100)	22.96	15.43	1.28	0.28	2.98	1.40	0.26	44.58	43.77	1.02	56.23	3.89
5(100)	ref 5(100)	24.1	16.1	1.26	0.27	3.00	1.38	0.26	46.36	42.37	1.09	57.63	3.88
5(100)	ref 5(100)	23.24	15.52	1.23	0.28	3.38	1.44	0.27	45.36	43.82	1.04	56.18	3.87
5(100)	moyenne	23.46	15.36	1.26	0.27	3.10	1.40	0.27	45.12	43.69	1.03	56.31	3.87
5(100)	écart type	0.43	0.48	0.02	0.00	0.16	0.02	0.01	0.68	0.77	0.03	0.77	0.02
5(100)	CV %	1.84	3.10	1.79	1.69	5.08	1.52	4.04	1.52	1.77	3.17	1.37	0.44

Exemple de dosage par absorption atomique

SPECTROMÈTRE D'ABSORPTION ATOMIQUE UNICAM 939/959 Page : 1

Date : 17/10/94

Heure : 10:04:15

Mode Instrument : Flamme
 Mode Spectromètre : Densité Optique

Element : Co

Mode Instrument : Flamme
 Longueur d'Onde : 240.7 nm
 Courant Lampe : 85 %
 Haute Resolution : Arrêt

Mode Spectro : Densité Optique
 Fente : 0.2
 Correction de Fond : Arrêt
 Mode Optimisation : Arrêt

Type Signal : Continu
 Nombre de Mesures : 2
 Mode de Rejet : Non

Temps de Mesure : 5.0 sec

Type Flamme : Air-C2H2
 Oxydant Auxiliaire : Arrêt
 Optimisation Flamme : Arrêt

Débit Combustible : 1.0 l/mn
 Stabilisation Flamme : 5 sec
 Stabilisation Bruleur : 0 mn

Mode d'Étalonnage : Normal
 Emploi Étal. Méorisé : Non
 Calcul acceptable : 0.995
 Unités de Concentration : méq %
 Étalon 1 : 2.040
 Étalon 2 : 4.080
 Étalon 3 : 6.120
 Étalon 4 : 8.320
 Étalon 5 : 10.40

Calcul : Linéaire

Passeur : Arrêt

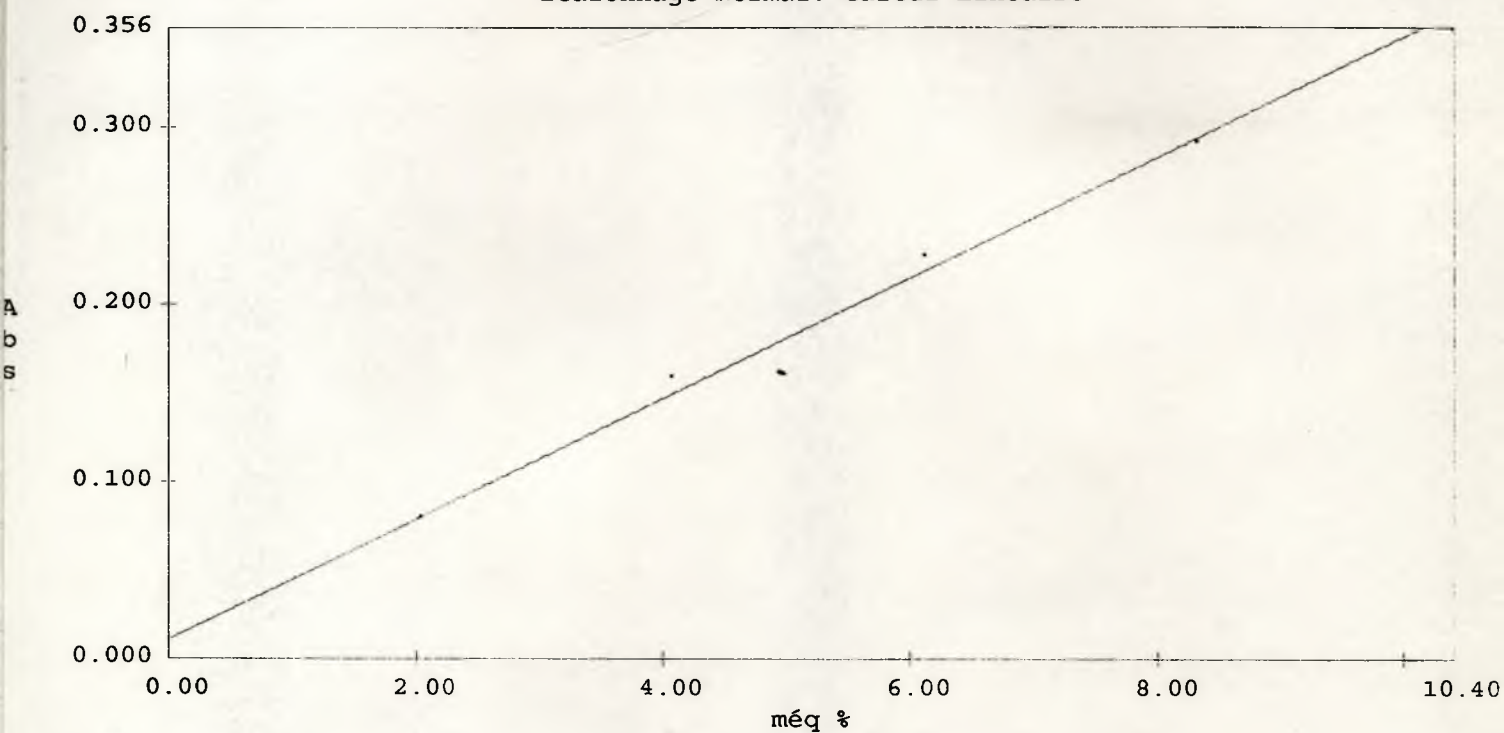
IDENTITÉ ÉCHANT. #	MESURES	SIGNAL abs	CONC méq %	CORRIGÉE	DSR %
Blanc	1/2	0.001			
Blanc	2/2	0.001			
Blanc	MOY.	0.001	0.000		24.1
Étalon 1	1/2	0.081			
Étalon 1	2/2	0.081			
Étalon 1	MOY.	0.081	2.040		0.0
Étalon 2	1/2	0.160			
Étalon 2	2/2	0.161			
Étalon 2	MOY.	0.160	4.080		0.4
Étalon 3	1/2	0.228			
Étalon 3	2/2	0.229			
Étalon 3	MOY.	0.229	6.120		0.4
Étalon 4	1/2	0.293			
Étalon 4	2/2	0.292			
Étalon 4	MOY.	0.293	8.320		0.0
Étalon 5	1/2	0.356			
Étalon 5	2/2	0.357			
Étalon 5	MOY.	0.356	10.40		0.2

SPECTROMÈTRE D'ABSORPTION ATOMIQUE UNICAM 939/959 Page : 2

Date : 17/10/94

Heure : 10:04:34

Étalonnage Normal: Calcul Linéaire



Axe-X : Concentration (mEq %)
 Axe-Y : Hauteur Signal (Abs)
 Équation de Ligne : $Y = (3.399E-002)X + (1.126E-002)$
 Interception : $-3.312E-001$ mEq %
 Coeff. de corrélation : $9.957E-001$

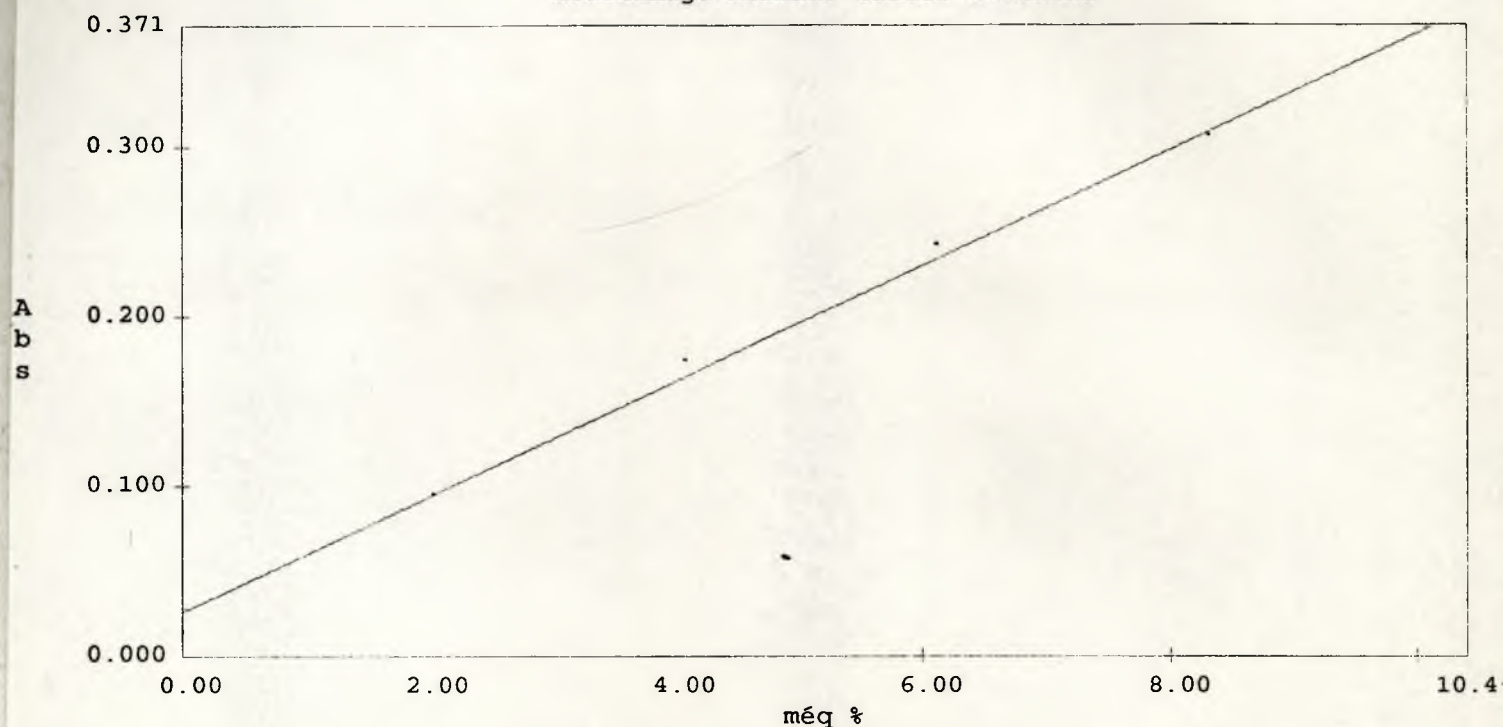
IDENTITÉ ÉCHANT.	# MESURES	SIGNAL abs	CONC mEq %	CORRIGÉE	DSR %
Blanc	1/2	0.016			
Blanc	2/2	0.016			
Blanc	MOY.	0.016	0.000		0.6

SPECTROMÈTRE D'ABSORPTION ATOMIQUE UNICAM 939/959 Page : 3

Date : 17/10/94

Heure : 10:04:48

Étalonnage Normal: Calcul Linéaire



Axe-X : Concentration (méq %)
 Axe-Y : Hauteur Signal (Abs)
 Équation de Ligne : $Y = (3.399E-002)X + (2.632E-002)$
 X Interception : $-7.744E-001$ méq %
 Coeff. de corrélation : $9.957E-001$

IDENTITÉ ÉCHANT.	# MESURES	SIGNAL abs	CONC méq %	CORRIGÉE	DSR %
T10	1/2	0.356			
T10	2/2	0.358			
T10	MOY.	0.357	9.728	9.728	0.3
R2 M	1/2	0.287			
R2 M	2/2	0.288			
R2 M	MOY.	0.287	7.680	7.680	0.2
R2 M	1/2	0.289			
R2 M	2/2	0.287			
R2 M	MOY.	0.288	7.696	7.696	0.4
R2 M	1/2	0.286			
R2 M	2/2	0.286			
R2 M	MOY.	0.286	7.642	7.642	0.2
R2 M	1/2	0.293			
R2 M	2/2	0.295			
R2 M	MOY.	0.294	7.873	7.873	0.3
R2 M	1/2	0.294			
R2 M	2/2	0.294			
R2 M	MOY.	0.294	7.882	7.882	0.1
T10	1/2	0.359			
T10	2/2	0.362			
T10	MOY.	0.360	9.831	9.831	0.6

Dosage Al échangeable

SPECTROMÈTRE D'ABSORPTION ATOMIQUE UNICAM 939/959 Page : 1

Date : 12/10/94

Heure : 10:15:04

Mode Instrument : Flamme Element : Al
Mode Spectromètre : Densité Optique

Mode Instrument	: Flamme	Mode Spectro	: Densité Optique
Longueur d'Onde	: 309.3 nm	Fente	: 0.5
Courant Lampe	: 100 %	Correction de Fond	: Arrêt
Haute Resolution	: Arrêt	Mode Optimisation	: Arrêt

```

Type Signal      : Continu
Nombre de Mesures : 1          Temps de Mesure      : 5.0 sec
Mode de Rejet    : Non

```

Type Flamme	: N2O-C2H2	Débit Combustible	: 4.3 l/mn
Oxydant Auxiliaire	: Arrêt	Stabilisation Flamme	: 5 sec
Optimisation Flamme	: Arrêt	Stabilisation Bruleur	: 0 mn

Mode d'Étalonnage	: Normal	Calcul	: Linéaire
Emploi Étal. Mémoire	: Non		
Calcul acceptable	: 0.990		
Unités de Concentration	: mg %		
Étalon 1	: 0.110		
Étalon 2	: 0.220		
Étalon 3	: 0.550		
Étalon 4	: 1.110		
Étalon 5	: 2.220		

Passeur : Arrêt

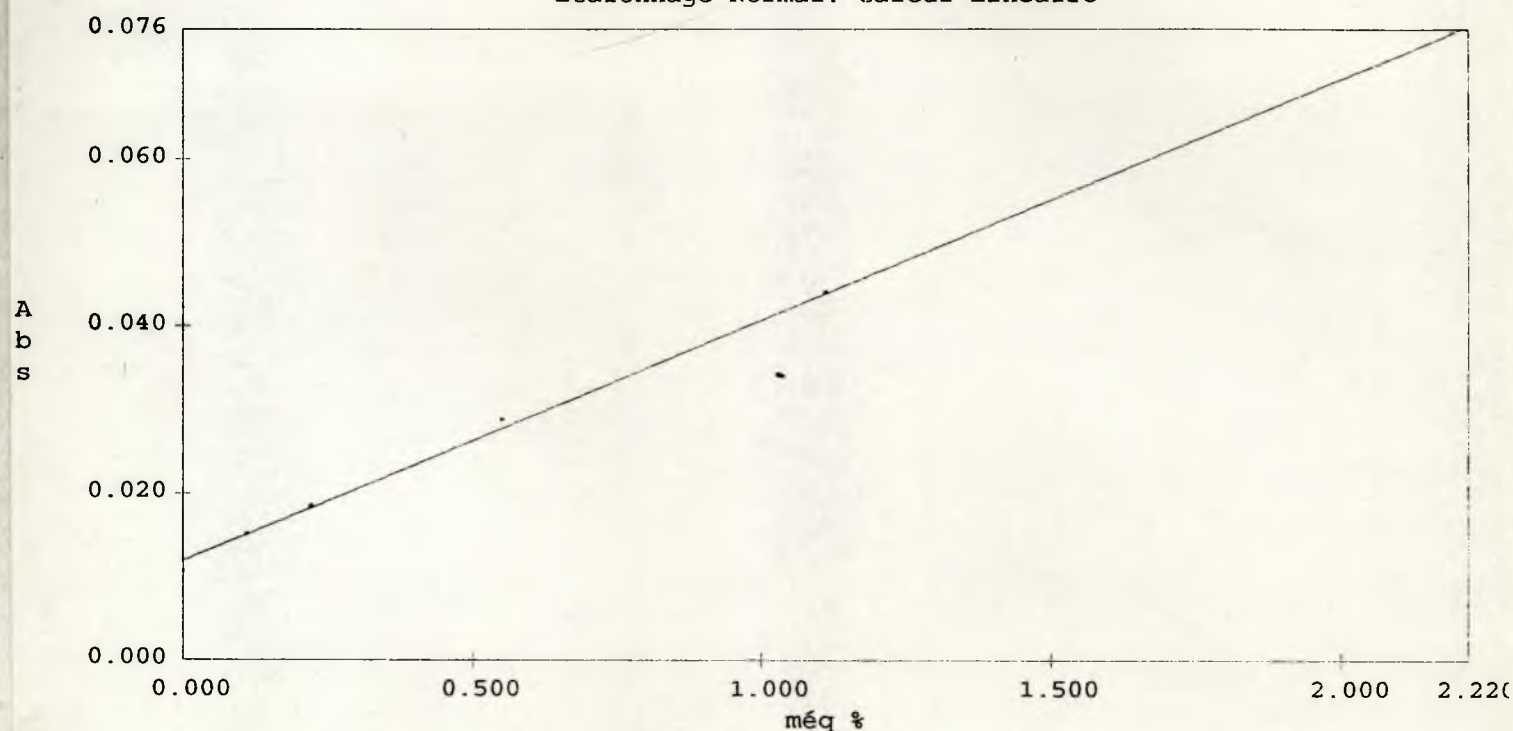
IDENTITÉ ÉCHANT.	# MESURES	SIGNAL abs	CONC méq %	CORRIGÉE	DSR %
Blanc	1/1	-0.000	0.000		
Étalon 1	1/1	0.005	0.110		
Étalon 2	1/1	0.008	0.220		
Étalon 3	1/1	0.019	0.550		
Étalon 4	1/1	0.035	1.110		
Étalon 5	1/1	0.067	2.220		

SPECTROMÈTRE D'ABSORPTION ATOMIQUE UNICAM 939/959 Page : 6

Date : 12/10/94

Heure : 10:18:20

Étalonnage Normal: Calcul Linéaire



Axe-X : Concentration (méq %)
 Axe-Y : Hauteur Signal (Abs)
 Équation de Ligne : $Y = (2.879E-002)X + (1.198E-002)$
 Interceptation : $-4.162E-001$ méq %
 Coeff. de corrélation : $9.990E-001$

IDENTITÉ ÉCHANT.	# MESURES	SIGNAL abs	CONC méq %	CORRIGÉE	DSR %
r2	1/1	0.029	0.586	0.586	
r2	1/1	0.030	0.614	0.614	
r2	1/1	0.030	0.633	0.633	
r2	1/1	0.030	0.614	0.614	
r2	1/1	0.032	0.709	0.709	
Blanc	1/1	0.018	0.000		

2) Phosphore assimilable Olsen modifié Dabin

Les résultats d'analyse de phosphore sont légèrement supérieurs à ceux de Montpellier (173mm au lieu de 158ppm) ce qui est facilement expliqué par la différence de température entre Montpellier et Moutte.

3) Analyses de végétaux

Afin d'estimer les contaminations dues à l'état du four à moufle une série de références et de blanc a été calcinée et minéralisée. Les résultats sont indiqués dans les tableaux ci-après.

L'observation des résultats permet quelques commentaires :

L'état du four n'entraîne pas de pollutions décelables pour les éléments majeurs (Ca, Mg, K) mais pour les oligo-éléments, les teneurs variables peuvent penser à 2 types de contaminations : l'état des capsules silice qui étaient difficile à nettoyer compte tenu des mauvaises minéralisations effectuées antérieurement et peut être mais dans une moindre mesure l'état du four qui laisse passer des poussières de réfractaire.

Les échantillons qui avaient été analysés à Montpellier et à Moutte en septembre ont été réanalysés après mon départ en tenant compte des nouvelles conditions de minéralisation et de dosage mais je n'ai pas eu à ce jour les résultats. Je pense qu'ils devraient concorder hormis le fait qu'ils aient été minéralisés par double calcination à Montpellier et simple calcination à Moutte.

La caractérisation des références végétaux à Montpellier a montré une grande hétérogénéité dans les teneurs en Fer, cela provient certainement d'une contamination au broyage due au mauvais état du moulin servant de broyeur.

ANALYSE DE VEGETAUX

nouveau ancien nouveau ancien nouveau ancien
résultat résultat résultat résultat résultat résultat

	Ca %	Ca %	Mg %	Mg %	K %	K %
Blanc	---		---		---	
Blanc	---		---		---	
Blanc	---		---		---	
Blanc	---		---		---	
Blanc	---		---		---	
Blanc	---		---		---	
Blanc	---		---		---	
Blanc	---		---		---	
Blanc	---		---		---	
ref 1	.596	.567	.435	.636	2.55	3.56
ref 1	.587	.527	.419	.690	2.46	3.40
ref 2	.724	.740	.429	.634	2.95	3.86
ref 2	.766	.644	.438	.660	3.02	3.56
ref 3	.867	.860	.387	.570	2.79	3.48
ref 3	.870	.971	.383	.516	2.79	3.72
152	.350	.363	.218	.238	2.55	3.34
156	.132	.169	.135	.142	3.54	4.28
162	.151	.174	.113	.130	3.07	4.04
164	.294	.237	.240	.246	3.11	4.02

---* : Indécelable

nouveau ancien nouveau ancien
résultat résultat résultat résultat

	Fe ppm	Fe ppm	Zn ppm	Zn ppm
Blanc	.152		.032	
Blanc	.129		.030	
Blanc	.071		.018	
Blanc	.135		.020	
Blanc	.083		.015	
Blanc	.093		.007	
Blanc	.159		.039	
Blanc	.206		.071	
Blanc	.186		.075	
ref 1	128.6	232.0	27.0	35.0
ref 1	123.6	216.0	23.0	35.0
ref 2	132.5	80.0	17.7	35.4
ref 2	200.0	84.0	28.5	28.6
ref 3	620.0	460.0	22.0	24.4
ref 3	648.0	474.0	24.7	34.2
152	165.7	34.4	14.6	22.8
156	163.6	45.8	18.1	35.0
162	86.9	0	16.4	12.8
164	91.0	56.6	12.5	115.2

Caractérisation des échantillons référence végétaux

SC: Simple calcination

DB: Double calcination

N° ECH	P SC	P DC	K SC	K DC	CA SC	CA DC	MG SC	MG DC	N LECO	
R1	0.186	0.189	2.746	2.779	0.625	0.631	0.372	0.381	3.134	
R1	0.190	0.186	2.785	2.767	0.630	0.622	0.377	0.378	3.089	
R1	0.182	0.186	2.694	2.748	0.611	0.623	0.360	0.378	3.094	
R1	0.186	0.189	2.738	2.808	0.619	0.634	0.375	0.386	3.028	
R1	0.190	0.186	2.783	2.766	0.626	0.622	0.377	0.374	3.037	
MOYENNE	0.187	0.187	2.749	2.774	0.622	0.626	0.372	0.379	3.076	
CV	1.6	0.8	1.2	0.7	1.1	0.8	1.7	1.0	1.3	
R2	0.166	0.166	3.263	3.207	0.787	0.773	0.372	0.355	2.523	
R2	0.167	0.167	3.240	3.247	0.777	0.779	0.369	0.373	2.525	
R2	0.167	0.169	3.225	3.252	0.782	0.787	0.373	0.381	2.512	
R2	0.169	0.170	3.251	3.288	0.786	0.809	0.375	0.387	2.426	
R2	0.168	0.165	3.196	3.230	0.772	0.778	0.368	0.373	2.412	
MOYENNE	0.167	0.167	3.235	3.245	0.781	0.785	0.371	0.374	2.480	
CV	0.6	1.1	0.7	0.8	0.7	1.6	0.7	2.9	2.0	
R3	0.122	0.117	3.082	3.046	0.972	0.953	0.326	0.325	0.637	
R3	0.120	0.118	3.079	3.069	0.957	0.945	0.328	0.333	0.643	
R3	0.118	0.117	3.052	3.031	0.986	0.981	0.337	0.331	0.582	
R3	0.119	0.122	3.105	3.115	0.947	1.031	0.324	0.342	0.635	
R3	0.119	0.117	3.014	2.979	0.971	1.000	0.327	0.337	0.664	
MOYENNE	0.120	0.118	3.066	3.048	0.967	0.982	0.328	0.334	0.632	
CV	1.1	1.6	1.0	1.5	1.4	3.2	1.4	1.7	4.3	
N° ECH	FE SC	FE DC	MN SC	MN DC	ZN SC	ZN DC	CU SC	CU DC	AL SC	AL DC
R1	111.2	129.6	2049.0	2034.1	21.1	23.0	9.3	9.8	61.3	74.7
R1	282.2	113.9	2085.1	2010.0	20.7	21.1	10.1	9.9	58.9	63.3
R1	381.8	130.6	1976.4	2009.7	26.8	21.5	12.0	10.3	64.4	66.1
R1	632.2	121.9	2067.2	2065.1	20.7	20.7	9.6	9.8	61.0	77.9
R1	1744.0	137.7	2056.2	2028.0	21.2	20.4	12.0	10.7	60.7	93.0
MOYENNE	630.3	126.7	2046.8	2029.4	22.1	21.3	10.6	10.1	61.3	75.0
CV	92.3	6.4	1.8	1.0	10.6	4.3	11.0	3.4	2.9	14.0
R2	143.9	143.4	1117.3	1090.1	17.1	19.1	7.8	8.4	119.8	112.3
R2	203.8	160.4	1117.4	1089.4	17.7	19.3	9.1	8.0	111.3	132.3
R2	208.9	799.9	1120.2	1114.6	17.7	20.6	11.4	10.4	116.1	122.1
R2	216.5	140.1	1128.1	1125.1	17.9	17.9	11.2	8.5	124.3	120.5
R2	769.3	150.1	1096.1	1120.8	18.0	17.9	9.2	9.3	108.1	231.9
MOYENNE	308.5	278.8	1115.8	1108.0	17.7	18.9	9.7	8.9	115.9	143.8
CV	75.2	93.5	1.0	1.4	1.7	5.2	14.2	9.5	5.0	30.9
R3	986.2	835.1	853.8	824.2	13.4	15.1	3.7	4.1	1169.3	1204.0
R3	639.7	593.3	834.2	824.8	13.2	15.3	3.8	5.5	1012.2	1003.6
R3	1392.9	804.0	860.8	837.5	13.2	16.6	4.3	5.2	1161.7	1224.6
R3	569.4	1140.2	824.6	883.0	12.5	14.3	3.4	4.3	918.3	1471.6
R3	793.8	970.4	837.4	862.0	13.1	14.2	3.7	5.3	1029.4	1355.3
MOYENNE	876.4	868.6	842.2	846.3	13.1	15.1	3.8	4.9	1058.2	1251.8
CV	33.7	20.9	1.6	2.7	2.4	5.7	7.7	11.8	9.0	12.6

REFERENCES SOLS LABORATOIRE CIRAD-FLHOR - MARTINIQUE

COMPLEXE D'ECHANGE -Méthode AcONH4 Ph 7.00

ECH/E n°	Ca	Mg	K	Na	Somme	CEC	Saturati
	meq/100g	meq/100g	meq/100g	meq/100g	meq/100g	meq/100g	meq/100g
//							
R3 1	4.90	2.86	.56	.10	8.42	18.41	.46
R3 2	5.00	2.99	.56	.11	8.66	17.80	.49
R3 3	5.12	2.99	.59	.11	8.80	18.19	.48
R3 4	4.97	2.92	.57	.10	8.56	18.58	.46
R3 5	5.01	2.94	.58	.11	8.64	18.57	.47
R3 6	4.99	2.93	.58	.11	8.59	18.41	.47
moy R3	5.00	2.94	.57	.11	8.61	18.33	.47
écart	.07	.04	.01	.00	.11	.27	.01
CV %	1.32	1.46	1.66	3.01	1.33	1.47	2.38
R5 1	21.87	15.73	1.03	.32	38.95	44.67	.87
R5 2	22.56	16.22	1.08	.29	40.15	44.49	.90
R5 3	23.15	16.70	1.09	.30	41.24	44.57	.93
R5 4	22.66	16.37	1.09	.32	40.43	44.52	.91
R5 5	22.23	16.04	1.06	.29	39.62	43.91	.90
R5 6	20.04	14.41	.93	.26	35.65	43.30	.82
moy R3	22.09	15.91	1.05	.30	39.34	44.24	.89
écart	.99	.73	.06	.02	1.79	.49	.03
CV %	4.50	4.60	5.36	6.43	4.56	1.10	3.74

REFERENCES SOLS LABORATOIRE CIRAD-FLHOR - MARTINIQUE

COMPLEXE D'ECHANGE -Méthode $\text{Co}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_3$

ECH/EL n°	Ca	Mg	K	Na	Al	Mn	H	SD	CC	TS	pH
//											
T20	.00	.00	.00	.00	.11	.00	--	.11	21.00	--	5.72
R3 1	3.94	2.75	.51	.12	.01	.03	.01	7.35	6.94	1.06	5.36
R3 2	4.28	2.70	.52	.12	.00	.02	.01	7.65	7.30	1.05	5.40
R3 3	3.97	2.76	.50	.12	.01	.03	.01	7.38	7.24	1.02	5.38
R3 4	4.00	2.78	.50	.12	.00	.03	.01	7.44	7.13	1.04	5.43
R3 5	3.92	2.74	.51	.11	.00	.03	.00	7.31	7.27	1.01	5.69
moy	4.02	2.74	.51	.12	.00	.03	.01	7.43	7.17	1.04	5.45
ecart	.13	.03	.01	.00	.00	.00	.00	.12	.13	.02	.12
CV %	3.26	.98	1.17	2.80	57.20	5.26	22.83	1.60	1.82	1.89	2.22
T 100	.00	.00	.00	.01	.53	.00	--	.54	99.83	--	5.69
R5 1	23.58	17.46	1.17	.32	4.12	1.24	.21	48.09	51.24	.94	3.97
R5 2	23.59	17.50	1.17	.32	4.10	1.24	.21	48.14	51.12	.94	3.97
R5 3	23.71	17.57	1.18	.32	4.10	1.25	.22	48.34	51.42	.94	3.96
R5 4	23.59	17.48	1.18	.33	4.00	1.25	.21	48.02	51.77	.93	3.98
R5 5	23.44	17.39	1.16	.33	3.97	1.24	.21	47.73	52.72	.91	3.98
moy	23.58	17.48	1.17	.32	4.06	1.24	.21	48.07	51.65	.93	3.97
ecart	.09	.06	.01	.00	.06	.00	.00	.20	.58	.01	.01
CV %	.36	.35	.60	1.08	1.49	.36	1.73	.41	1.12	1.46	.19

Témoins de contrôle de la série

TC 1	5.12	2.58	.23	.25	.58	.38	--	--	10.37	--	--
TC 10	5.14	2.58	.23	.25	.58	.38	--	--	10.42	--	--
TC 20	5.15	2.58	.24	.25	.58	.38	--	--	10.44	--	--
TC 30	5.14	2.58	.26	.25	.57	.38	--	--	10.39	--	--
TC 40	5.08	2.56	.22	.25	.57	.38	--	--	10.35	--	--
TC 50	5.06	2.55	.21	.25	.57	.37	--	--	10.31	--	--
TC 60	5.10	2.55	.22	.25	.58	.38	--	--	10.32	--	--
TC 70	5.14	2.57	.25	.25	.58	.38	--	--	10.43	--	--
moy	5.12	2.57	.23	.25	.58	.38	--	--	10.38	--	--
ecart	.03	.01	.01	.00	.00	.00	--	--	.04	--	--
CV %	.60	.51	6.32	.72	.64	.57	--	--	.43	--	--

REFERENCES SOLS LABORATOIRE CIRAD-FLHOR - MARTINIQUE

MATIERE ORGANIQUE ET PHOSPHORE ASSIMILABLE OLSEN MODIFIE DABIN

ECH/En°		M.O %	C Org. %	N Tot. %	C/N	P Olsen ppm
R3	1	6.24	3.62	3.63	9.97	153.70
R3	2	6.38	3.70	3.41	10.85	141.20
R3	3	6.14	3.56	3.48	10.23	150.70
R3	4	6.15	3.57	3.50	10.20	149.90
R3	5	6.21	3.60	3.41	10.56	146.85
R3	6	6.02	3.49	3.52	9.91	
moy R3		6.19	3.59	3.49	10.29	148.47
écart		.11	.06	.07	.33	4.24
CV %		1.78	1.78	2.14	3.17	2.86
R5	1	2.81	1.63	2.03	8.03	931.70
R5	2	2.93	1.70	1.91	8.90	922.50
R5	3	2.71	1.57	1.92	8.18	943.90
R5	4	2.76	1.60	2.09	7.66	944.70
R5	5	2.78	1.61	2.07	7.78	930.00
R5	6	2.79	1.62	2.05	7.90	
moy R3		2.80	1.62	2.00	8.11	934.56
écart		.08	.04	.08	.44	8.54
CV %		2.68	2.68	3.76	5.38	.91